

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-169879
(43)Date of publication of application : 20.06.2000

(51)Int.Cl. C11D 1/28
C11D 11/04
// C11D 9/32

(21)Application number : 11-344914 (71)Applicant : LG CHEMICAL LTD

(22)Date of filing : 03.12.1999

(72)Inventor : GU SEIKEN
SAI EIKO
KYO DAIKEI
SAI SEICHIN
KIM TAE-SUNG
RO BUNTEI
AN KOSEI

(30)Priority

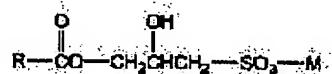
Priority number : 98 9852775 Priority date : 03.12.1998 Priority country : KR
99 9931025 29.07.1999 KR

(54) COMPOUND SOAP INCLUDING MONOGLYCERIDE SULFONATE AND PRODUCTION OF THE SOAP

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prepare the subject compound improved in the point for soap to become soft due to being dissolved in water, having excellent ability for moisture retention and sparingly having irritation to the skin by mixing an aliphatic acid-based toilet soap as a principal detergent with a monoglyceride sulfonate as an auxiliary detergent.

SOLUTION: This compound soap includes (A) an aliphatic acid-based toilet soap and (B) 2-35 wt.% monoglyceride sulfonate of the formula (wherein, R is a 7-21C alkyl; M is sodium, triethanolamine or the like). The ingredient B is e.g. a coconut oil monoglyceride sulfonate. The compound soap including the monoglyceride sulfonate is economically produced by adding an electrolyte (preferably sodium chloride) and a neutralizing agent to a fatty acid to obtain a fatty acid-based liquid soap, adding a chlorohydroxysulfonate to the liquid soap in a stirred state to obtain a compound liquid soap and by drying it to form a cake of soap.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of

[rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-169879

(P2000-169879A)

(43)公開日 平成12年6月20日 (2000.6.20)

(51)Int.Cl.*

C 11 D 1/28

11/04

// C 11 D 9/32

識別記号

F I

テーマコード(参考)

C 11 D 1/28

11/04

9/32

審査請求 未請求 請求項の数8 O.L. (全11頁)

(21)出願番号 特願平11-344914

(22)出願日 平成11年12月3日 (1999.12.3)

(31)優先権主張番号 1998-52775

(32)優先日 平成10年12月3日 (1998.12.3)

(33)優先権主張国 韓国 (KR)

(31)優先権主張番号 1999-31025

(32)優先日 平成11年7月29日 (1999.7.29)

(33)優先権主張国 韓国 (KR)

(71)出願人 599170308

エルジー化学株式会社

大韓民国ソウル市永登浦區汝矣島洞20番地

エルジーツインタワー

(72)発明者 具 齊 権

大韓民国大田廣城市儒城區道龍洞386-4

エルジーアパート1棟303号

(72)発明者 崔 永 浩

大韓民国大田廣城市儒城區田民洞462-5

世宗アパート109棟903号

(74)代理人 100081994

弁理士 鈴木 俊一郎 (外3名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 モノグリセリドスルфон酸塩を含有する複合石鹼組成物及びその製造方法

(57)【要約】

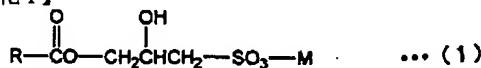
【課題】本発明の複合化粧石鹼組成物は、脂肪酸系化粧石鹼と特定の構造を有するモノグリセリドスルfon酸塩2~35重量%とを含む。

【解決手段】本発明の複合化粧石鹼組成物は、石鹼が水に溶けて柔らかくなることが改善されると共に、優れた保湿力と使用感とを備えて皮膚に刺激が少ない。また、洗浄力と保湿力及び使用感とが優れているモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼を製造することにおいて、本発明のモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼の製造方法によれば複合石鹼の性能を維持しながら工程が簡単で経済的に製造できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】脂肪酸系化粧石鹼と下記化学式(1)のモノグリセリドスルфон酸塩2~35重量%とを含む複合化粧石鹼組成物。

【化1】



(式中、Rは炭素数7~21のアルキル基であり、Mはナトリウム、カリウム、トリエタノールアミンまたはアンモニウムである)

【請求項2】前記石鹼組成物が、さらに界面活性剤1~25重量%を含む請求項1に記載の複合化粧石鹼組成物。

【請求項3】(a) 脂肪酸に、電解質と中和剤とを添加して脂肪酸系液状石鹼を製造する工程；

(b) 該液状石鹼に、クロロヒドロキシルフォン酸塩を添加し攪拌して、混合液状石鹼を製造する工程；及び

(c) 該混合液状石鹼を、乾燥し、石鹼製造装置で石鹼を製造する工程；を含むことを特徴とするモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼製造方法。

【請求項4】前記クロロヒドロキシルフォン酸塩が、前記混合液状石鹼に対して1~12重量%含んでいることを特徴とする請求項3に記載のモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼製造方法。

【請求項5】前記液状石鹼にクロロヒドロキシルフォン酸塩を添加する方法が、クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液を製造した後に前記液状石鹼と混合することである請求項3に記載のモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼製造方法。

【請求項6】前記クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液がクロロヒドロキシルフォン酸塩を20重量%以上含む、該クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液の温度が20°C以上である請求項5に記載のモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼製造方法。

【請求項7】前記クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液がクロロヒドロキシルフォン酸塩を30~45重量%含有し、該クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液の温度が40~70°Cである請求項6に記載のモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼製造方法。

【請求項8】前記液状石鹼にクロロヒドロキシルフォン酸塩を添加する方法が、該液状石鹼に粉末クロロヒドロキシルフォン酸塩を添加するものであり、該粉末クロロヒドロキシルフォン酸塩は、活性成分が90重量%以上であることを特徴とする請求項3に記載のモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、モノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼組成物およびその製造

方法に関する。より詳しくは、石鹼の保湿力及び使用感が優れているモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼組成物およびモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼を経済的に製造することができる方法に関する。

【0002】

【従来の技術】一般的に、化粧石鹼は油脂または油脂を分解して得られる脂肪酸を水酸化カリウム、水酸化ナトリウム等で石鹼化したものであって、身体の洗浄に用いられる。化粧石鹼は水溶液で強いアルカリ性を現すので、しばしば用いる場合、皮膚の皮脂成分を過剰に除去して角質層を軟化し、皮膚刺激の原因となる。

【0003】つまり、アルカリ性化粧石鹼を繰り返して、長時間用いるようになると、皮膚が乾燥して弾力を失い、肌荒れを起こしやすくなる。このようなアルカリ性化粧石鹼の使用による皮膚の乾燥及び肌荒れの問題を解決するために、化粧石鹼組成物の中に皮膚に水分と油分とを供給する様々な添加剤が用いられてきた。たとえば、過脂肪剤、保湿剤及び植物抽出物のような美容成分を石鹼に添加し、皮膚の乾燥を緩和しようとする試みがあった。

【0004】化粧石鹼に用いる保湿剤は、水分を皮膚の表面層に保つようにし、皮膚からの水分の損失を防止する作用をするものであって、皮膚の保護膜を形成して水分の損失を減少させる役割を果たす。一般的に用いられる保湿剤は、グリセリン、ソルビトール及び皮膚用天然オイル等がある。これらは頻繁なアルカリ性石鹼の使用によって乾燥した皮膚表面の凹凸部に皮膜を形成して皮膚保護層を形成することによって、水分の蒸発を抑制して皮膚の乾燥を緩和させる。

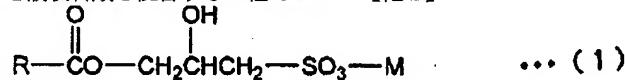
【0005】しかし、既存の保湿剤は外部の水分を皮膚に吸着させる機能がなく、単純に一時的な保護膜としての機能だけを有している。また、既存の保湿剤は物理的な影響のためによく皮膚の表面から脱離し、その効果を長時間期待することができず、その効果を持続するためには使用量を増加させると、石鹼が水を含んで柔らかくなる短所が現れる。つまり、殆どの場合、既存の保湿剤はその効果が一時的なものであって、皮膚の生理学的な機能に影響を与せず、石鹼の物性に好ましくない結果が現れる。

【0006】かかる問題点を補完するために、皮膚に対する刺激が少なく、保湿効果が優れている界面活性剤を通常の脂肪酸系の石鹼に含有させる製造工程に対する関心が増大してきた。たとえば、米国特許第5,683,683号に陰イオン、非イオンと両性界面活性剤とを混合使用して液状身体洗浄剤の保湿及び使用感を改善する方法が記載されている。複合石鹼(combination bar)に両性界面活性剤を混合使用すると、各界面活性剤が有している特性が相乗作用を示して、皮膚の乾燥を抑制し、皮膚に保湿効果を付与できるが、この

のような混合界面活性剤の中の非イオンと両性界面活性剤とを過量に用いると、長期保管時に変色し、気泡度が低下する問題点があった。

【0007】また、米国特許第4,695,395号では陰イオン性界面活性剤であるアシルイセチオニン酸塩を複合石鹼に含有させ、皮膚保護の機能を付与すると記載されている。アシルイセチオニン酸塩は一般的な脂肪酸系石鹼より液性が低く、親水性が高いため、皮膚刺激が低く、保湿力と使用感とが優れているが、高い溶解度で水を容易に吸収し、石鹼の物性が低下する短所がある。

【0008】また、活性成分を含有する複合石鹼の製造方法について見ると、大韓民国特許公告第95-12209号では皮膚刺激が少ない陰イオン界面活性剤であるアシルイセチオニン酸塩を補助洗浄成分として含有する製造方法が言及している。しかし、この方法は、脂肪酸とイセチオニン酸ナトリウムを用いてアシルイセチオニン酸塩を一定の規格に予め行製造した後、イオン水等の液相と固相を用いて高温でアシルイセチオニン酸塩をスラリ状に再び製造してそれを液状石鹼と混合する工程で*



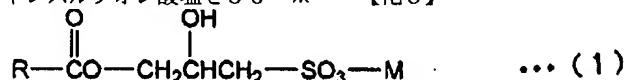
【0012】(式中、Rは炭素数7~21のアルキルであり、Mはナトリウム、カリウム、トリエタノールアミンまたはアンモニウムである)

前記複合化粧石鹼組成物は、さらに界面活性剤1~25重量%を含む。また、本発明のモノグリセリドスルフォン酸塩を含有する複合石鹼製造方法は、(a) 脂肪酸に、電解質及び中和剤を添加して脂肪酸系液状石鹼を製造する工程；(b) 該液状石鹼に、クロロヒドロキシルフォン酸塩を添加し攪拌して、混合液状石鹼を製造する工程；及び(c) 該混合液状石鹼を、乾燥し、石鹼製造装置で石鹼を製造する工程を含むことを特徴とする。

【0013】前記クロロヒドロキシルフォン酸塩は、前記混合液状石鹼に対して1~12重量%含んでいる。

前記液状石鹼にクロロヒドロキシルフォン酸塩を添加する方法は、クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液を製造した後に前記液状石鹼と混合することである。

【0014】前記クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液は、クロロヒドロキシルフォン酸塩を20重量%以上含有し、該クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液の温度は20℃以上である。前記クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液は、クロロヒドロキシルフォン酸塩を30~*



【0019】上記化学式(1)において、Rは炭素数7~21のアルキル基であり、Mはナトリウム、カリウム、トリエタノールアミンまたはアンモニウムである。前記Rを有するRCOOは、牛脂または豚脂などの動物

*あり、製造方法が複雑なため、経済的ではない短所がある。

【0009】

【発明の目的】本発明は、前記問題点を解決するためのものであって、本発明の目的は、石鹼が水に溶けて柔らかくなることを改善すると共に、優れた保湿力と使用感とを備えて皮膚に刺激の少ない複合石鹼組成物を提供することにある。本発明の他の目的は、洗浄力と保湿力及び使用感とが優れているモノグリセリドスルフォン酸塩を含有する複合石鹼を製造することにおいて、複合石鹼の性能を維持しながら工程が簡単で経済的に製造できるモノグリセリドスルフォン酸塩を含有する複合石鹼の製造方法を提供することにある。

【0010】

【発明の概要】本発明に係る複合化粧石鹼組成物は、脂肪酸系化粧石鹼と下記化学式(1)のモノグリセリドスルフォン酸塩2~35重量%とを含む。

【0011】

【化2】

... (1)

※45重量%含有し、該クロロヒドロキシルフォン酸塩溶液の温度は40~70℃であることが好ましい。

【0015】前記液状石鹼にクロロヒドロキシルフォン酸塩を添加する方法は、該液状石鹼に粉末クロロヒドロキシルフォン酸塩を添加するものであり、この粉末クロロヒドロキシルフォン酸塩は、活性成分が90重量%以上である。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明をより詳しく説明する。本発明の複合化粧石鹼組成物は、主洗浄剤として通常の脂肪酸系化粧石鹼を含み、補助洗浄剤として下記化学式(1)のモノグリセリドスルフォン酸塩を2~35重量%、好ましくは5~20重量%含む。

【0017】本発明に用いられる化学式(1)のモノグリセリドスルフォン酸塩の典型的な例としては、ヤシ油モノグリセリドスルフォン酸ナトリウム、牛脂モノグリセリドスルフォン酸ナトリウム、パーム油モノグリセリドスルフォン酸ナトリウム、などがありこれらを1種または2種以上混合して用いることができる。

【0018】

【化3】

... (1)

油と、ヤシ油、パーム油、パーム核油などの植物油から誘導される単独または混合脂肪酸から得られる。本発明に用いられるモノグリセリドスルフォン酸塩は、次の方法により製造されるものが用いられるが、その製造方法

は下記の方法に限定されるものではない。

【0020】本発明に用いたモノグリセリドスルフォン酸塩は、エピクロロヒドリンと還元剤である亜硫酸ナトリウムなどを用いて中間体であるクロロヒドロキシルフォン酸ナトリウムを製造した後、高級脂肪酸のアルカリ塩を使ってエステル置換して製造する。前記高級脂肪酸としては、牛脂または豚脂の動物油と、ヤシ油、パーム油またはパーム核油の植物油から誘導される脂肪酸を単独または混合して用いることができる。

【0021】前記のように製造されたモノグリセリドスルフォン酸塩は、分子内にエステル基を含んでいるので身体に対する皮膚の刺激が低く、通常の脂肪酸系石鹼よりは融点が低いが、ヒドロキシ基とスルフォン酸塩との陰電荷間の水素結合による影響で他の界面活性剤よりは融点が高く、溶解度が低いて水に対する物性が良好であり、また、親水性部分のヒドロキシ基が水分子との結合力を強化することによって、石鹼の初期使用時や繰り返し使用しても皮膚に優れた保湿力を維持し、柔らかい使用感を付与する特性を示す。

【0022】本発明の複合化粧石鹼組成物において、補助洗浄基剤としてモノグリセリドスルフォン酸塩、2～3.5重量%、好ましくは5～20重量%を用いると、前記のような特性によって石鹼が水に溶けて柔らかくなる性質が改善され、保湿力と使用感とが優れた複合石鹼組成物を製造することができる。その使用量が前記複合石鹼組成物の2重量%未満であると、石鹼の柔らかさは良好であるが、保湿力と使用感において品質が低くなり、一方、3.5重量%を超える量を用いると、保湿力と使用感とは優れているが化粧石鹼としての柔らかさが低下する。

【0023】また、本発明に用いられる通常の脂肪酸系化粧石鹼としては、牛脂、豚脂などの動物油脂と、ヤシ油、パーム核油、パーム油、パームステアリンなどの植物油脂から得られた脂肪酸を単独または混合し、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、トリエタノールアミンで中和したものを用いることができる。通常の脂肪酸系化粧石鹼の代表的な例としては、牛脂ナトリウム石鹼、ヤシ油石鹼などがあり、これらを1種または2種以上混合して用いることができる。

【0024】他に、本発明の複合石鹼組成物としては本発明の効果を低下しない範囲内で通常複合化粧石鹼に用いられる界面活性剤であるアシルイセチオニン酸塩、ラウレート硫酸ナトリウム(sodium lauryl sulfate)、ラウリル硫酸ナトリウムなどのアルキル硫酸塩、アルキルスルホコハク酸塩(alkyl sulfosuccinate)、アルキルグリセリルエーテルスルフォン酸塩、アシルサルコシン酸塩、アシルタウレート及びアルキルスルホアセテート及びアルキルエーテル硫酸塩などの塩を各界面活性剤が有している特性を考慮し、本発明のモノグリセリドスルフォン

酸塩の含残量より少ない1～2.5重量%の範囲内で、2種～3種以上を混合して用いることができる。

【0025】本発明の複合石鹼組成物で固形石鹼を製造するために、本発明の複合石鹼組成物は結合剤、可塑剤及び賦形剤からなる群より選択された1種以上の化合物を混合して使用することができる。結合剤及び可塑剤は、石鹼に結合力及び可塑性を付与することによって、石鹼製造の作業性を向上させ、石鹼が製造された後に硬度及び使用時の柔らさ、気泡度及び滑らかさ(solid thickness)などの物性に影響を与える。これら結合剤及び可塑剤としては、一般的に用いられている高級脂肪アルコール、ヤシ油脂肪酸などの高級脂肪酸、硬化油脂、パラフィンワックス、ポリエステル、ポリエチレングリコール、ステアリン酸ナトリウム、硬化ひまし油及び脂肪アルキルケトンなどを用いることができる。また、賦形剤としては、最終製品の内部構造的な安定性または製品の硬度を維持する役割を果たすようなもの、通常、デキストリン、でん粉、塩及びタルクなどを用いることができる。

【0026】また、本発明による複合石鹼組成物には、通常の化粧石鹼に用いられる成分である水分約5～20重量%、二酸化チタンなどの白色顔料のような色素、香料、酸化防止剤、エチレンジアミンテトラ酸などの金属イオン封鎖剤及び他の添加剤などをさらに用いることができる。しかし、水分を除いた他の成分は微量に用いられる。

【0027】本発明で説明する複合石鹼は、様々な方法で製造することができる。たとえば、通常の複合石鹼の製造方法としては、洗浄剤と添加剤とを混合機(mixer)に添加して一定時間混合し、ミリング(milling)工程で均一に再混合した後、一般的な石鹼工程で製造する方法、および主洗浄剤を除いた添加剤の一部または全体をスラリー(slurry)で製造し、これを主洗浄基剤と混合した後、一般的な石鹼の製造工程で製造する方法などがある。

【0028】本発明の実施例においては、複合石鹼組成物は、混合機に脂肪酸系化粧石鹼とモノグリセリドスルフォン酸塩と他の添加剤とを添加して約5分間混合し、3段ロールミル(roll mill)で均一に混合した後、通常の石鹼の製造方法によって混合、成形、押出し及び形を作るために打錠する工程である型打工程を経て製造しているが、本発明の複合石鹼製造方法はこれに限定されるものではない。

【0029】また、本発明者らは一般的な脂肪酸系石鹼に、補助洗浄基剤として低刺激性陰イオン界面活性剤であるモノグリセリドスルフォン酸塩を製造した後、ロールミルまたはスラリー状に再び製造して石鹼に含有させると、一般的な物性と保湿力などが優れている複合石鹼組成物が製造できることが分かった。しかし、前記の方法も補助洗浄成分であるモノグリセリドスルフォン酸塩

を製造した後に、これを一般的な脂肪酸系石鹼とともにミリング工程やスラリー工程で再加工して石鹼を製造するので、経済的な石鹼の製造方法ではなかった。

【0030】本発明者らは補助洗浄剤であるモノグリセリドスルфон酸塩が含有された複合石鹼を経済的な方法で製造するために、継続的な研究を繰り返した結果、脂肪酸から出発する液状石鹼にクロロヒドロキシルスルfonyl酸塩（以下、クロロスルfonyl酸塩という）を石鹼の製造過程で添加して一定の反応条件を付与すると、モノグリセリドスルfonyl酸塩が含有されている複合石鹼を製造することができ、石鹼の品質もモノグリセリドスルfonyl酸塩を合成した後、ミリングやスラリー工程で製造された石鹼と水の吸収時の物性と保湿力などを比較した結果、それらが同等またはそれ以上の水準を維持することができることが分かり、本発明のモノグリセリドスルfonyl酸塩を含有する複合石鹼の製造方法を完成した。

【0031】本発明のモノグリセリドスルfonyl酸塩を含有する複合石鹼の製造方法は、（a）脂肪酸に、電解質と中和剤とを添加して脂肪酸系液状石鹼を製造する工程；（b）該液状石鹼に、クロロヒドロキシルスルfonyl酸塩を添加し攪拌して、混合液状石鹼を製造する工程；及び（c）該混合液状石鹼を、乾燥し石鹼製造装置で石鹼を製造する工程を含むことを特徴とする。

【0032】本発明において、前記脂肪酸系液状石鹼は、脂肪酸に電解質と中和剤とを添加して製造され、水分の含量が20～35重量%になるようにするのが好ましい。前記脂肪酸は、牛脂、豚脂などの動物油脂、またはヤシ油、パーム核油、パーム油、パームステアリンなどの植物油脂から得られた脂肪酸を単独または混合して用いる。

【0033】前記電解質としては、アルカリ金属を用い、特に、塩化ナトリウムが好ましい。前記塩化ナトリウムは、脂肪酸系液状石鹼に対してその0.01～1重量%を用いるのが好ましく、0.1～0.5重量%を用いるとさらに好ましい。また、前記中和剤としては25～50%（w/w）水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウム溶液を用いるのが好ましい。

【0034】また、前記液状石鹼の製造に用いる脂肪酸、電解質及び中和剤は、50～90℃、好ましくは60～80℃で反応させるのが好ましく、前記反応によって生成される液状石鹼は75～100℃、好ましくは85～95℃の温度で維持するのがよい。一般に、脂肪酸に中和剤を添加すると、発熱反応によって温度が上昇するので、これらの添加物の温度を適当に調整して液状石鹼の温度を維持しなければならない。

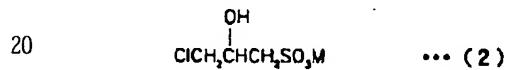
【0035】また、本発明に用いる前記クロロスルfonyl酸塩は、前記脂肪酸系液状石鹼とクロロスルfonyl酸塩とを混合して製造する混合液状石鹼に対して1～12重量%を用いるのが好ましく、2～7重量%を用いると

さらに好ましい。前記クロロスルfonyl酸塩の量が1重量%未満である時は、製造された複合石鹼においてモノグリセリドの量が少なすぎ、一方、12重量%を超えると、混合液状石鹼の粘度または相が変化し、通常の脂肪酸系石鹼の製造装置で円滑に製造することが難しいことがある。

【0036】本発明に用いる前記クロロスルfonyl酸塩の製造方法の一例は次の通りである。還元剤である亜硫酸ナトリウム（sodium sulfite）、重亜硫酸ナトリウム（sodium bisulfite）またはメタ重亜硫酸ナトリウム（sodium metabisulfite）を水と混合して溶解させた後、エピクロロヒドリンを添加して反応させてクロロスルfonyl酸塩を製造する。前記方法によって製造されたクロロスルfonyl酸塩の構造式は、下記化学式（2）の通りである。

【0037】

【化4】



【0038】上記化学式（2）において、Mはナトリウム、カリウム、アンモニウムまたはトリエタノールアンモニウムである。本発明において、クロロスルfonyl酸塩を添加する方法としては、クロロスルfonyl酸塩溶液を製造した後に液状石鹼と混合する方法（以下、連続式工程という）と、液状石鹼に粉末状のクロロスルfonyl酸塩を投入する方法（以下、回分式工程という）とがあるが、この内連続式工程の方が好ましい。

【0039】前記連続式工程で用いるクロロスルfonyl酸塩溶液は、水にクロロスルfonyl酸塩を溶解して製造し、この溶液はクロロスルfonyl酸塩を20重量%以上、好ましくは30～45重量%含有し、20℃以上の温度、好ましくは40～70℃の温度で製造するのが好ましい。ここで用いるクロロスルfonyl酸塩溶液としては、水の他にプロピレングリコール、グリセリン、ソルビトール、ポリオキシエチレングリコールのような多価アルコールと、ミネラルオイルのようなオイルと、苛性ソーダ（水酸化ナトリウム）、苛性カリ（水酸化カリウム）、トリエタノールアミンのような中和剤とを混合して用いることができるが、可能であればクロロスルfonyl酸塩が過飽和状態にならないように製造するのが好ましい。

【0040】前記回分式製造方法は、重量及び容積既知の液状石鹼に粉末状のクロロスルfonyl酸塩を一定量投入し、複合石鹼がモノグリセリドを含有するようにする方法であって、クロロスルfonyl酸塩を溶液の状態ではない粉末状で添加することを除いては連続式工程と製造工程が同じである。回分式工程に用いる粉末状のクロロスルfonyl酸塩は、活性成分が90重量%以上、好まし

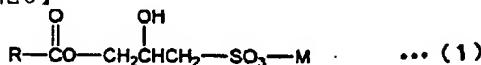
くは95重量%以上である。

【0041】本発明の混合液状石鹼の製造工程において、混合液状石鹼の温度は75～100℃、好ましくは85～95℃の温度を有するように、液状石鹼とクロロスルфон酸塩溶液の温度とを適当に管理して添加する。本発明の複合石鹼組成物の製造方法は、特に言及されない限り、回分式工程は連続式工程と同等な関係にあるものとし、クロロスルфон酸塩を液状石鹼に添加してモノグリセリドスルфон酸塩の收率を極大化するためには脂肪酸系液状石鹼とクロロスルfon酸塩溶液の製造方法及び条件と共に混合液状石鹼の温度と攪拌速度及び攪拌時間を適切に管理して製造することが必要である。

【0042】前記攪拌過程中に生成されるモノグリセリドスルfon酸塩は下記化学式(1)で表記することができる。

【0043】

【化5】



【0044】前記化学式(1)において、Rは炭素数7～21のアルキル基であり、Mはナトリウム、カリウム、トリエタノールアミンまたはアンモニウムである。前記攪拌速度は、混合液状石鹼が含有された反応器の容積によって異なるが、いずれの場合においても混合液状石鹼が十分な接触面積を有することができる攪拌速度であれば、本発明の組成物に含めようとするモノグリセリドスルfon酸塩の生成量に大きな差異はない。可能であれば、高速攪拌をするのが好ましい。

【0045】また、混合液状石鹼でモノグリセリドスルfon酸塩を生成するためには、温度及び攪拌速度と共に一定の攪拌時間が必要であるが、攪拌時間が十分でなければ添加したクロロスルfon酸塩が反応に参与せずに未反応状態で存在し、生成されたモノグリセリドスルfon酸塩が加水分解されることによって收率に影響を与えるので、混合液状石鹼を約20分以上、好ましくは30分～4時間攪拌するのが好ましい。

【0046】本発明において用いられるクロロスルfon酸と生成したモノグリセリドスルfon酸塩とはアルカリ及び高温で一部が加水分解され、副反応物としてジ

ヒドロキシプロパンスルfon酸塩と塩化ナトリウムが一部生成されるが、本発明の範囲内でクロロスルfon酸塩を用いると、石鹼の製造及び商業的な価値を有する固体石鹼としての品質に影響を与える水準ではない。

【0047】また、本発明の複合石鹼組成物には、通常、化粧石鹼に用いることができる添加剤、つまり香料、色素、酸化防止剤及び金属イオン封鎖剤などを複合石鹼の製造工程や洗浄剤を製造した後に添加することができる。本発明の混合液状石鹼を乾燥して石鹼製造装置で石鹼を製造すると、モノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼が製造される。前記において乾燥方法と石鹼製造装置とは、通常に用いられる乾燥方法と通常の石鹼製造装置を全て用いることができる。

【0048】

【実施例】以下、本発明の実施例と比較例とを記載する。しかし、下記の実施例は本発明を例示するためのものであって、本発明は下記の実施例に限定されるものではない。

【0049】

20 【実施例1】牛脂ナトリウム(sodium tall oil)／ヤシ油石鹼(coco-oil soap)76.65重量%、ヤシ油モノグリセリドスルfon酸ナトリウム(sodium coco monoglyceride sulfonate)6.0重量%、ヤシ油脂肪酸3.0重量%、塩1.0重量%、水分12.0重量%、エチレンジアミンテトラ酸0.05重量%、二酸化チタン0.3重量%、香料1.0重量%からなる組成物を融合機と3段ロールミルとで均一に混合した後、通常の脂肪酸系化粧石鹼の製造装置で成形及び押出し工程を経て、型打して石鹼を製造した。

【0050】

【実施例2～3】各成分の使用量を下記の表1に示したように変更したのを除いては前記実施例1と同様に実施して石鹼を製造した。

【0051】

【比較例1～7】下記の表1に示した成分を下記の表1に示した比率で用い、前記実施例1と同様に実施して石鹼を製造した。

【0052】

【表1】

(単位:重量%)

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
牛脂ナトリウム/ヤシ油石鹼	76.65	70.65	64.65	85.65	82.65	82.65	78.65	84.65	79.65	79.65
ヤシ油モノグリセリドスルフォン酸ナトリウム	6.0	12.0	18.0	0	0	0	0	0	0	0
ヤシ油イセチオニン酸ナトリウム	0	0	0	0	0	0	6.0	18.0	0	0
ラウレート硫酸ナトリウム	0	0	0	0	0	0	0	0	6.0	12.0
ヤシ油脂肪酸	3.0	3.0	3.0	0	3.0	0	3.0	3.0	0	0
グリセリン	0	0	0	0	0	3.0	0	0	0	0
塩	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
水分	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0
エチレンジアミンテトラ酸	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
二酸化チタン	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
香料	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

【0053】

【実施例4~7】下記の表2に示した成分を下記の表2に示した量において用い、前記実施例1と同様に実施して石鹼を製造した。

【0054】

* 【比較例8~11】下記の表2に示した成分を下記の表2に示した量において用い、前記実施例1と同様に実施して石鹼を製造した。

【0055】

* 【表2】

	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例8	比較例9	比較例10	比較例11
牛脂ナトリウム/ヤシ油石鹼	81.65	48.65	77.65	75.65	83.65	44.65	79.65	79.65
ヤシ油モノグリセリドスルフォン酸ナトリウム	3.0	32.0	0	0	1.0	38.0	0	0
牛脂ナトリウム/ヤシ油モノグリセリドスルフォン酸塩	0	0	6.0	6.0	0	0	0	0
ラウレート硫酸ナトリウム	0	0	0	2.0	0	0	0	0
ヤシ油脂肪酸	1.0	5.0	2.0	2.0	1.0	3.0	0	6.0
ソルビトール	0	0	0	0	0	0	6.0	0
塩	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
水分	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0	12.0
エチレンジアミンテトラ酸	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
二酸化チタン	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
香料	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0

【0056】前記実施例1~7及び比較例1~11の方
法で製造した複合石鹼の柔らかさ、保湿力及び使用感を
次のような試験方法で測定し、石鹼の柔らかさについて
は、吸水性と水を吸収した後の外観を比較した。

【実験1】吸水性試験

石鹼 W_1 を、重量既知のピン W_2 に突きさして25℃の恒※

$$\text{吸水度(%)} = \frac{[(W_2 + W_3) - (W_1 + W_2)] / W_1}{100}$$

【0058】吸水度は、その値が高ければ高いほど水を含有する能力が大きくなつて物性が良くないことを意味する。通常の脂肪酸系化粧石鹼の吸水度は、一般的に50~25%である。

※温の水槽で4時間浸漬した後に取り出して、20~25℃の石鹼棒乾燥台で1時間乾燥した後、その重さ W_3 を測定する。次に、下記の式(1)に従つて吸水度を測定し、その結果を下記の表3に示した。

【0057】

【数1】

【実験2】吸水後の外観

前記実験1の吸水度の試験時に、25℃で石鹼を4時間浸漬した後に取り出して石鹼の外観または表面の状態を下記の基準で評価した。

【0059】[評価基準]

○：石鹼がふくらまず外観がきれい。

△：石鹼が少しふくらんで外観に少しのこぼこ模様などが発生する。

×：石鹼が激しくふくらんで吸水した部位が流れる。

【実験3】保湿力試験

$$\text{水分保有量(%)} = \frac{(\text{洗う前の保有量} - \text{洗った後の保有量})}{\text{洗う前の保有量}} \times 100$$

【0061】本試験に用いた機器はスキコン200(Skicon 200)であり、試験は25℃、相対湿度50%の恒温恒湿室で実施した。

【実験4】使用感試験

実施例1～7、比較例1～11の方法で製造された石鹼

組成物を男、女各15名の被試験者が25℃の水道水で*

* 実施例1～7及び比較例1～11にしたがって製造した石鹼を蒸留水で希釈して4%の水溶液を作り、この水溶液0.5mlを取って腕の内側の5cm×5cmの部位に1分間ぬった後、30秒間待ってから10秒間流水で洗った。1日3時間間隔で2回(1次/2次)洗った後、それぞれの石鹼に対して30分後に水分の保有量を測定した後、下記の式2に従って洗う前の水分の保有量と比較した。

【0060】

*10 【数2】

※普通に化粧石鹼を用いる方法で用いた後、下記の表3に示した基準で点数を付与した。その平均値を下記に示した。

【0062】

【表3】

使用感	
5点	石鹼の柔らかさと使用感触とが非常に良い。
4点	石鹼の柔らかさと使用感触とが少し良い。
3点	石鹼の柔らかさと気泡度とが普通である。
2点	石鹼の柔らかさと使用感触とが少し悪い。
1点	石鹼の柔らかさと使用感触とが非常に悪い。

【0063】一般的な脂肪酸系化粧石鹼の使用感の値
は、3.0以上である。前記方法で測定した吸水度、吸
水した後の外観、使用感及び保湿力(1次及び2次)を★

★測定し、その結果を下記の表4及び5に示した。

【0064】

【表4】

	実施 例1	実施 例2	実施 例3	比較 例1	比較 例2	比較 例3	比較 例4	比較 例5	比較 例6	比較 例7
吸水度 (%)	16.2	18.3	20.6	18.5	17.3	29.5	21.4	32.3	31.3	43.5
吸水後の 外観	○	○	○	○	○	△	○	×	×	×
使用感	4.0	4.3	4.5	3.1	3.5	3.8	4.0	4.1	—	—
保湿力(1 次)[%]	59.3	63.8	71.5	41.2	44.5	51.3	52.5	60.7	—	—
保湿力(2 次)[%]	54.2	59.8	67.3	33.5	38.4	43.5	45.6	54.0	—	—

【0065】

☆☆【表5】

	実施 例4	実施 例5	実施 例6	実施 例7	比較 例8	比較 例9	比較 例10	比較 例11
吸水度 (%)	14.8	23.1	16.3	21.8	17.5	29.5	34.3	15.2
吸水後の 外観	○	○	○	○	○	△	×	○
使用感	3.6	4.1	3.9	4.0	3.3	4.2	—	3.7
保湿力(1 次)[%]	54.1	74.5	58.3	59.5	47.1	75.0	—	48.5
保湿力(2 次)[%]	49.3	71.6	53.0	54.1	40.7	73.1	—	43.6

【0066】前記の表4及び5に示したように、通常の50脂肪酸系石鹼に補助洗浄剤としてモノグリセリドスルフ

オン酸塩を本発明の範囲内で用いるか、他の界面活性剤と混合して用いると、通常の脂肪酸系石鹼及び／またはこれに保湿剤などを添加した石鹼に比べて、初期の保湿力及び反復使用による保湿力と使用感との品質に優れており、水を吸収した後の物性及び外観の品質も通常の脂肪酸系石鹼と同様に維持することができる事が分かる。

【0067】また、本発明の複合石鹼組成物は、一般的に複合石鹼に用いられる界面活性剤であるアシルイセチオニン酸塩やアルキル硫酸塩を含有した石鹼より水の吸収時の物性が優れている事が分かり、初期使用時の保湿力及び反復使用による保湿力も良好である事が分かる。しかし、モノグリセリドスルфон酸塩の使用量が少ないと、一般的な物性は良好であるが、保湿効果及び使用感の品質の改善効果が小さく、この使用量が一定量以上含有されると、保湿効果は優れているが水を吸収*

区分	原料	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11
処方 (重量部)	純水	70	60	60	52
	クロロスルファン酸塩	30	40	35	45
	グリセリン	—	—	5	—
	水酸化カリウム	—	—	—	3
製造温度 (°C)	35	60	70	70	

【0072】モノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼の製造

【0073】

【実施例12】牛脂とヤシ油脂肪酸とを80:20(w/w)の比率で混合した後、塩化ナトリウム0.25重量部を添加し、液状石鹼の水分の含量が30重量部になるように水酸化ナトリウム水溶液を用いて95°Cの100重量部の液状石鹼を製造した。他の混合機では純水にクロロスルファン酸塩が40重量%含有されたクロロスルファン酸塩溶液を60°Cで製造して連続混合機で90重量部の液状石鹼と10重量部のクロロスルファン酸塩溶液とを定量投入し、90°Cの100重量部の混合液状石鹼を製造した。前記混合石鹼を均一混合機(Homo-
30

* した時の物性と吸水した後の外観とが良くないことが分かる。

【0068】クロロスルファン酸塩溶液の製造

【0069】

【実施例8】純水70重量部を反応器に投入して35°Cに温度を上げた後、クロロスルファン酸塩30重量部を添加してクロロスルファン酸塩溶液を製造した。

【0070】

【実施例9～11】実施例9～実施例11のクロロスルファン酸塩溶液は、表6のような成分及び温度で実施例8と同様な方法で製造した。ただし、グリセリンと水酸化カリウムはクロロスルファン酸塩を添加する前に投入した。

【0071】

【表6】

※ Mixer)で100 rpmで約180分間反応させた後に乾燥し、水分を13重量%含有する洗浄剤を製造した。前記洗浄剤100重量部に香料1.2重量部と二酸化チタン0.3重量部とを添加し、通常の脂肪酸系石鹼の製造装置で成形、押出し及び型打の工程を経て複合石鹼を製造した。

【0074】

【実施例13～15】実施例13～実施例15は表7のような成分及び条件で製造したこと以外は、実施例12と同様な方法でモノグリセリドスルfon酸塩を含有する複合石鹼を製造した。

【0075】

【表7】

区分	成分または製造条件	実施例 12	実施例 13	実施例 14	実施例 15
洗浄剤成分 (重量部)	牛脂ナトリウム／ ヤシ油石鹼溶液	90.0	96.0	92.3	85.0
	クロロスルファン酸塩溶液	10.0	4.0	7.7	15.0
添加剤 (重量部)	香料	1.2	1.2	1.2	1.2
	二酸化チタン	0.3	0.3	0.3	0.3
反応条件	混合液状石鹼の温度(°C)	95	92	88	85
	攪拌速度(rpm)	100	600	1,200	30
	攪拌時間(分)	180	120	60	240
収率	理論値対比の生成率(%)	71.5	74.4	82.6	70.1

【0076】

【実施例16】牛脂とヤシ油脂肪酸とを60:40(w/w)の比率で混合した後、塩化ナトリウムを0.10
50

重量部添加し、液状石鹼の水分の含量が33重量部となるように水酸化ナトリウム水溶液を用いて92°Cの100重量部液状石鹼を製造した。前記液状石鹼内の90

重量部を混合機に添加した後、粉末クロロスルfonyl酸塩10.0重量部を混合機に添加して92℃の100重量部の混合液状石鹼を製造した。前記混合液状石鹼を混合機で600rpmで約60分間反応させた後に乾燥し、水分が13重量%含有された洗浄剤を製造した。前記洗浄剤100重量部に香料1.2重量部と二酸化チタン0.3重量部を添加し、通常の脂肪酸系石鹼製造装置で成形、押し出し及び型打の工程を経て複合石鹼を製造した。

【0077】

【実施例17】表8に記載されているような成分及び製造条件で実施例16と同様な方法で石鹼を製造した。

【0078】

* 【表8】

区分	成分または製造条件	実施例 16	実施例 17	参考例 1	参考例 2
洗浄剤 成分 (重量部)	牛脂ナトリウム/ヤシ油石鹼溶液 (25~35重量%水分含有)	90.0	95.0	—	—
	粉末クロロスルfonyl酸塩	10.0	5.0	—	—
	牛脂ナトリウム/ヤシ油石鹼	—	—	77.0	72.0
	牛脂ナトリウム/ヤシ油モノグリセリドスルfonyl酸塩	—	—	6.0	10.0
	タローライオイル(牛脂)/ココオイル(ヤシ油)脂肪酸	—	—	1.5	2.0
添加剤 (重量部)	香料	1.2	1.2	1.2	1.2
	二酸化チタン	0.3	0.3	0.3	0.3
	塩化ナトリウム	—	—	1.0	1.5
	水分	—	—	13.0	13.0
攪拌条件	混合液状石鹼の温度(℃)	92	94	—	—
	攪拌速度	600	50	—	—
	攪拌時間	60	120	—	—
収率	理論値対比の生成量(%)	78.5	74.5	—	—

【0081】[実験5]吸水度実験

前記実施例12~17及び参考例1~2で製造したモノグリセリドスルfonyl酸塩を含有する複合石鹼の一定重量W1を、重量既知のピンW2に突きさして25℃の常温の水槽で4時間浸漬した後、取り出して20~25℃の石鹼棒乾燥台で1時間乾燥させた後にその重さW3を量った。吸水度は下記式(3)によって計算し、その結果を表9に示した。

【0082】

【数3】

$$\text{吸水度}(\%) = [(W2 + W3) - (W1 + W2)] / W1 \times 100$$

【0083】吸水度は値が大きければ大きいほど水を含有する能力が大きくなつて物性が悪化することを意味する。通常の脂肪酸系化粧石鹼の吸水度は、一般的に5~25%である。

[実験6]吸水後の外観検査実験

前記実験5の吸水度の実験時に、実施例12~17及び*

$$\text{水分保有量}(\%) = ((\text{洗う前の保有量} - \text{洗った後の保有量}) / \text{洗う前の保有量}) \times 100$$

* 【参考例1】牛脂ナトリウム/ヤシ油石鹼77.0重量部、牛脂ナトリウム/ヤシ油モノグリセリドスルfonyl酸塩6.0重量部、牛脂/ヤシ油脂肪酸1.5重量部、塩化ナトリウム1.0重量部、水分13.0重量部、二酸化チタン0.3重量部、香料1.2重量部からなる組成物を融合機及び3段ロールミルで均一に混合した後、通常の脂肪酸系化粧石鹼の製造装置で成形及び押出し工程を経て型打し、石鹼を製造した。

【0079】

10 【参考例2】表8のような成分からなるものを除いては参考例1と同様な方法で石鹼を製造した。

【0080】

* 【表8】

※参考例1~2の石鹼を25℃で4時間浸漬した後、取り出して石鹼の外観または表面の状態を下記の基準で評価し、その結果を表9に示した。

【0084】[評価基準]

良好：石鹼がふくらまず外観がきれい。

普通：石鹼が少しふくらんで外観に少しのこぼこ模様が発生する。

悪い：石鹼が激しくふくらんで吸水した部位が流れる。

[実験7]保湿力試験

実施例12~17及び参考例1~2に従って製造した石鹼を蒸留水で希釈して4%の水溶液を作り、前記水溶液0.5mlをとて腕の内側の5cm?5cmの部位に1分間ぬった後、30秒間待ってから10秒間流水で洗った。水で洗った後、それぞれの石鹼について30分後に水分の保有量を測定し、式4に従って水分の保有量を測定し、その結果を表9に示した。

【0085】

【数4】

【0086】本試験に用いた機器はスキコン200 (S k i c o n 2 0 0) であり、試験は25℃、相対湿度50%の恒温恒湿室で実施した。通常の脂肪酸系石鹼の*

* 水分保有量は、大抵45~55%である。

【0087】

【表9】

区分	吸水度(%)	外観検査	保湿力(%)
実施例 12	15.2	良好	65.1
実施例 13	18.0	良好	55.1
実施例 14	20.5	良好	60.5
実施例 15	16.5	良好	68.6
実施例 16	20.2	良好	70.5
実施例 17	17.6	良好	64.1
参考例 1	18.5	良好	60.5
参考例 2	16.5	良好	68.6

【0088】前記の表9に示されているように、実施例12~17の石鹼は吸水度は15.2~20.5%で参考例1~2の16.5~18.5%と同様であり、外観検査の結果は参考例1~2と同様に全て良好であり、保湿力においても55.1~70.5%で参考例1~2の60.5~68.6と同様であった。特に、実施例16は、保湿力が70.5%で非常に優れていた。したがって、前記の結果は実施例12~17に従って製造された石鹼の品質が参考例1~2にしたがって製造された石鹼の品質と同様の水準であることを示している。

【0089】一方、前記実施例12~17及び参考例1~2のモノグリセリドスルfony酸塩を含有する石鹼は、表9に示されているように保湿力が通常の脂肪酸系石鹼の保湿力である45~55%より優れていることを※

※現している。

【0090】

【発明の効果】上述したように、本発明の複合石鹼組成物は、石鹼の柔らかさなどの一般的な物性が優れています。反復使用の場合でも保湿力及び使用感が非常に優れています。また、本発明のモノグリセリドスルfony酸塩を含有する石鹼の製造方法は、前述したようにその工程が簡単で経済的であり、本発明によって生産されたモノグリセリドスルfony酸塩を含有する石鹼は多段階方法によって得られるものである。このようにして得られた石鹼は、モノグリセリドスルfony酸塩を先に製造し、次いで液状石鹼溶液と混合する方法に従って製造した石鹼と比較しても、同等またはそれ以上の高品質のものである。

フロントページの続き

(72)発明者 許 台 敬

大韓民国大田廣域市西區屯山2洞センモリ
アパート109棟604号

(72)発明者 崔 正 鎮

大韓民国大田廣域市西區万年洞1-1草原
アパート101棟1503号

(72)発明者 金 泰 成

大韓民国大田廣域市儒城區田民洞世宗アパ
ート102棟203号

(72)発明者 浪 文▲貞▼

大韓民国大田廣域市儒城區田民洞世宗アパ
ート108棟606号

(72)発明者 安 浩 井

大韓民国大田廣域市儒城區田民洞世宗アパ
ート107棟1106号